
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Kedua
Sidang Akademik 2001/2002

Februari/Mac 2002

KAA 502 - Spektroskopi Atom

[Masa : 3 jam]

Sila pastikan bahawa kertas peperiksaan ini mengandungi ENAM muka surat yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.

Jawab **LIMA** soalan. Jika calon menjawab lebih daripada lima soalan hanya lima soalan pertama mengikut susunan dalam skrip jawapan akan diberi markah.

1. (a) Cadangkan kaedah yang paling sesuai bagi penentuan analit di bawah. Berikan alasan anda.

- (i) Natrium dalam ekstrak tanah (50 mg L^{-1}).
- (ii) Kadmium dalam air paip ($1 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$).
- (iii) Magnesium dalam air paip (20 mg L^{-1}).
- (iv) Plumbum dalam darah ($30 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$).
- (v) Bismut dalam aloi logam ($1 \text{ } \mu\text{g g}^{-1}$).
- (vi) Merkuri dalam rumpai laut (50 ng g^{-1})

(12 markah)

- (b) Jelaskan bagaimana modifikasi matriks dalam pengatoman elektrotermal mengakibatkan penyingkiran matriks yang lebih cekap. Berikan dua contoh tertentu.

(8 markah)

2. (a) Terangkan dengan ringkas bagaimana hendak menyukat suhu nyala yang digunakan dalam spektroskopi penyerapan atom. (4 markah)
- (b) Jelaskan fenomenon penswaserapan dalam nyala dan kesannya ke atas keluk penentuan pemancaran atom. Komen tentang fenomenon ini dalam plasma dan hubungannya dengan julat dinamik linear besar yang diperolehi dengan plasma. (6 markah)
- (c) Suatu sampel keluli seberat 0.5152 g dihadamkan dalam asid pekat dan dipindahkan ke dalam kelalang volumetri 100 mL secara kuantitatif. Air suling ditambah sehingga tanda. Seterusnya sampel tersebut dicairkan sebanyak 10 kali. Kandungan Pb di dalam sampel ditentukan menggunakan alatan ICP-AES dengan kaedah penambahan piawai. Data yang diperolehi adalah seperti berikut:

Kelalang	Isipadu larutan 100 ppm Pb (mL)	Isipadu sampel yang telah dicairkan (mL)	Isipadu total (mL)	Keamatan pemancaran
1	0	20	100	29
2	1	20	100	37
3	2	20	100	44
4	3	20	100	52
5	5	20	100	68
6	7	20	100	83

Kiralah kepekatan Pb dalam sampel keluli asal dalam unit $\mu\text{g g}^{-1}$ dan peratus berdasarkan berat.

(10 markah)

.../3-

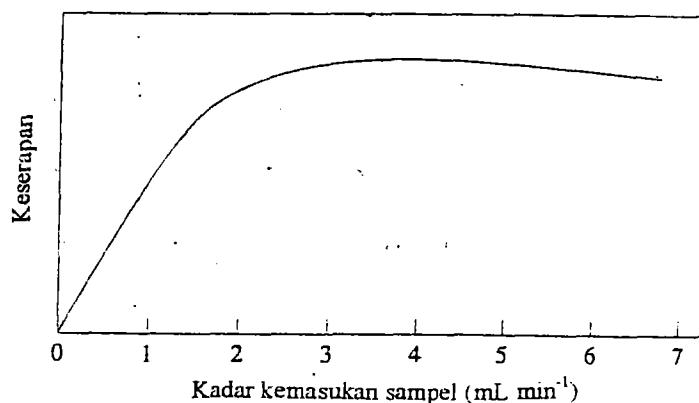
AAS - Spektroskopi penyerapan atom AES - Spektroskopi pemancaran atom
ICP - Plasma berganding secara aruhan MS - spektrometri jisim

3. (a) Suatu parutan mempunyai ketumpatan lurah (grooves) $1500 \text{ lurah mm}^{-1}$. Alur tuju bertembung dengan parutan pada sudut 20.0° .
- Kiralah sudut pembelauan di mana sinaran pada panjang gelombang di bawah akan terbelau daripada parutan tersebut.
500 nm dan 600 nm (pada tertib pertama)
 - Berapakah panjang gelombang pada tertib kedua yang akan bertindih dengan alur 600 nm pada tertib pertama?
 - Kiralah penyerakan bersudut pada 500 nm (tertib pertama).

(5 markah)

- (b) Rajah di bawah menunjukkan kesan kadar alir kemasukan larutan unsur X melalui penebula pneumatik terhadap penyerapan unsur X. Jelaskan rupabentuk plot tersebut.

(5 markah)



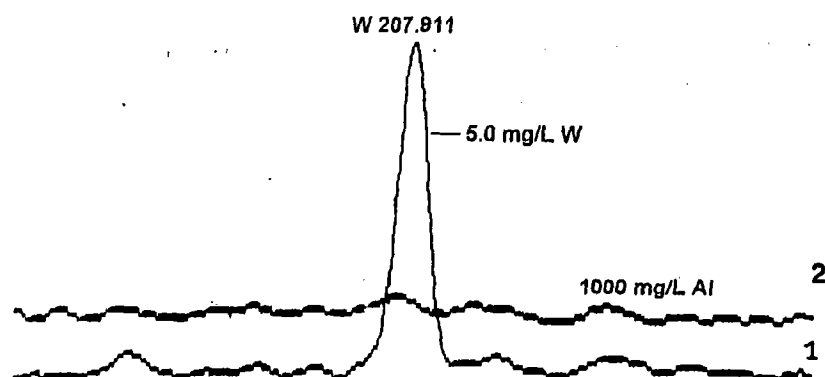
- (c) Keperluan monokromator bagi teknik pemancaran nyala dan penyerapan atom nyala agak berbeza. Andaikan makmal anda sedang mempertimbangkan pembelian suatu monokromator. Pilihan bagi anda ialah suatu sistem lebar celahan boleh ubah (lebar jalur spektrum terkecil = 0.5 \AA), resolusi tinggi dan mahal dan satu lagi sistem lebar celahan tetap (lebar jalur spektrum = 10 \AA), resolusi sederhana dan kurang mahal. Sistem yang manakah akan anda pilih jika makmal anda hanya terlibat dengan sukatan penyerapan atom sahaja. Berikan alasan anda (merujuk kepada fungsi monokromator dalam kedua-dua teknik dan peranan monokromator dalam mengurangkan gangguan)

(10 markah)

.../4-

4. (a) Suatu monokromator dengan panjang fokus, F , 0.65 m dibekalkan dengan parutan echellette yang mempunyai 2000 garisan per millimeter.
- Kira penyerakan linear reciprocal alatan tersebut bagi spektrum tertib pertama.
 - Jika 3.0 cm daripada parutan yang disinari, berapakah kuasa resolusi monokromator tersebut pada tertib pertama?
 - Pada lebih kurang 560 nm, berapakah perbezaan panjang gelombang minimum yang dapat diresolusikan oleh alatan tersebut secara teori?
- (5 markah)
- (b) Pada awal 1990an, spektrometer yang menggunakan pengesan keadaan pepejal (solid-state) seperti peranti suntikan cas (CID) dan peranti gandingan cas (CCD) telah diperkenalkan. Spektrometer tersebut juga menggunakan parutan Echelle dalam monokromator. Bincangkan bagaimana alatan tersebut dapat menjanjikan penambahbaikan dalam kejutuan, julat linear dan bilangan 'sample throughput' dibandingkan dengan spektrometer konvensional (pengesan tabung pemfotoganda)
- (10 markah)
- (c) Rajah di bawah memberikan hasil daripada mengimbas dalam julat panjang gelombang tertentu menggunakan ICP-AES. Imbasan 1 dihasilkan apabila larutan 5.0 mg L⁻¹ tungsten dimasukkan ke dalam plasma. Imbasan 2 dihasilkan apabila larutan 1000 mg L⁻¹ aluminium dimasukkan pula. Berdasarkan maklumat daripada rajah tersebut, apakah kesan aluminium dalam penentuan tungsten dalam aloi aluminium? Bagaimana pula dapat diatasi ralat, jika ada, yang terhasil?

(5 markah)



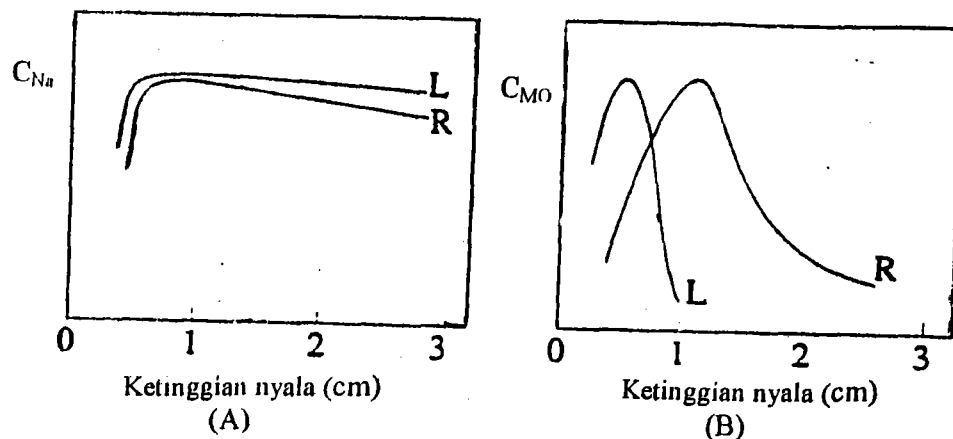
.../5-

5. (a) Jelaskan sebab bagi pemerhatian dalam spektrometri ICP-MS yang berikut:
- (i) Bagi penentuan arsenik dalam efluen industri yang mengandungi jumlah natrium klorida yang tinggi, isyarat arsenik pada m/z 75 dikurangkan apabila sampel melalui suatu turus pertukaran anion terlebih dahulu semasa pengolahan sampel.
 - (ii) Keputusan bagi penentuan antimoni dalam sampel plumbum adalah rendah jika dibandingkan dengan piawai akuus tetapi telah meningkat jika sampel dicairkan
 - (iii) Bilangan gangguan spektroskopik yang lebih kecil diperhatikan bagi penganalisis jisim sektor magnetik dibandingkan dengan penganalisis jisim catur kutub.
 - (iv) Keputusan bagi penentuan ferum dalam air meningkat dengan menggunakan keadaan plasma sejuk.

(12 markah)

- (b) Rajah yang berikut menunjukkan plot kepekatan atom melawan ketinggian dalam nyala udara-asetilena bagi unsur Na (plot A) dan Mo (plot B). L merujuk kepada nyala kurang bahan api dan R merujuk kepada nyala kaya bahan api. Berdasarkan plot dalam Rajah ini, jelaskan kesan komposisi nyala ke atas proses pengatoman bagi Na dan Mo. Bagaimanakah ini akan mempengaruhi pengoptimuman ketinggian penunu dalam penentuan Na dan Mo menggunakan AAS nyala?

(8 markah)



.../6-

6. (a) Apakah kelebihan gandingan teknik suntikan aliran (FI) dengan ICP sebagai pengesan? Apa pula masalah, jika ada, gandingan dua teknik ini?
(4 markah)
- (b) Biasanya teknik ICP-AES digunakan bagi penentuan kepekatan total suatu unsur. Bagaimana pula jika anda berminat untuk memperolehi data tentang penspesiesan unsur tersebut?
(4 markah)
- (c) Jelaskan apa yang sama dan berbeza di antara peralatan bagi plasma radial dan 'axial' dalam ICP-AES.
(6 markah)
- (d) Jadual di bawah memberikan had pengesanan beberapa unsur dengan penggunaan pelbagai jenis penebula dalam ICP-AES.

Unsur*	λ (nm)	Konsentrik kaca (P.P.)	Jenis Babington (P.P.)	Penebula Ultrasonik
Al (I)	308.22	37	36	2.8
Cr (II)	205.55	5.1	5.9	0.42
Cu (I)	324.75	4.8	4.3	0.77
Mn (II)	257.61	1.3	0.99	0.08
Zn (I)	213.86	3.3	2.6	0.37

* I - garisan atom. II - garisan ion

P.P. - penebula pneumatik

Jelaskan perbezaan ketara bagi had pengesanan untuk penebula ultrasonik dibandingkan dengan had pengesanan dua penebula pneumatik yang diberikan dalam jadual. Apakah kelebihan penebula jenis Babington?

(6 markah)

oooOooo

AAS - Spektroskopi penyerapan atom AES - Spektroskopi pemancaran atom
ICP - Plasma bergandingan secara aruhan MS - spektrometri jisim